

24. 6. 2004

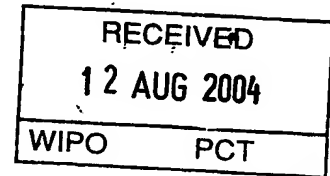
日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2003年 6月26日

出願番号
Application Number: 特願2003-181953
[ST. 10/C]: [JP 2003-181953]



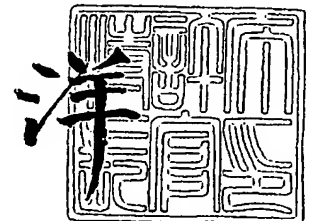
出願人
Applicant(s): 独立行政法人海上技術安全研究所
株式会社スリーポンド

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 7月29日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小川



【書類名】 特許願

【整理番号】 PKM0306

【あて先】 特許庁長官 殿

【発明者】

【住所又は居所】 東京都三鷹市新川 6 丁目 3 8 番 1 号 独立行政法人海上
技術安全研究所内

【氏名】 高橋 一比古

【発明者】

【住所又は居所】 東京都八王子市狭間町 1 4 5 6 番地株式会社スリーボン
ド内

【氏名】 小野口 富夫

【発明者】

【住所又は居所】 東京都八王子市狭間町 1 4 5 6 番地株式会社スリーボン
ド内

【氏名】 内田 光彦

【特許出願人】

【識別番号】 501204525

【住所又は居所】 東京都三鷹市新川 6 丁目 3 8 番 1 号

【氏名又は名称】 独立行政法人海上技術安全研究所

【代表者】 中西 堯二

【特許出願人】

【識別番号】 000132404

【住所又は居所】 東京都八王子市狭間町 1 4 5 6 番地

【氏名又は名称】 株式会社スリーボン

【代表者】 金子 覚

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 054841

【納付金額】 21,000円



【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 構造物の亀裂検査方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

構造物の表面に視認性液を封入したマイクロカプセルを分散させた被覆層を形成しておき、前記構造物に亀裂が生じた際にその亀裂が当該被覆層に伝わって、それに伴って当該被覆層中のマイクロカプセルが破損し、マイクロカプセルから流出した視認性液 a が被覆層中の亀裂を伝わって被覆層表面に達することで、前記構造物の亀裂発生を検知できるようにするとともに、前記マイクロカプセルに封入されている視認性液がニグロシン系化合物及び溶媒を主成分とし、その重量比率がニグロシン系化合物：溶媒＝1：55～1：0.37であることを特徴とする構造物の亀裂検査方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は構造物の亀裂検査方法に係り、特に船舶、橋梁、車輛、航空機、工作機械など、各種構造物の疲労亀裂の検査方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

金属製構造物は、長年の使用による金属疲労によって特にその応力集中部に亀裂を生じることがある。このような構造物の疲労亀裂は時間の経過とともに徐々に進展するものであるため、定期的、又は不定期的に構造物の亀裂検査を行なうようにしている。

【0003】

このような亀裂検査には、一般に目視検査が行われ、特別な場合、磁粉探傷や、蛍光探傷、超音波探傷等の機器による精密な検査が実施されている。例えば、特開平4-169836公報には、細線の破断時期から対象構造物の歪変動幅を求めることにより、精度良く疲労損傷発生時期を予知する方法が開示されている。

また、実開平1-180757号公報には、構造物の亀裂検出個所にリボン状導電膜を形成し、その両端に導通検出器を接続して、リボン状導電膜が亀裂の発生とともに破断されるのを導通検出器により検出することで、早期に疲労亀裂の発生を検知する方法が開示されている。

【0004】

しかしながら、前述した精密検査方法は、いずれも測定機器の設置が必要となるためコストがかかり、また、測定機器の取扱いが煩雑であるため熟練を要するなど課題も多かった。さらに、狭い場所や部材が入り組んだ個所等を検査する場合には、測定機器を使用することが難しく適用できないということもあった。

【0005】

このような測定機器を用いた検査方法の問題点を解決するため、特開平10-267866公報（先行技術1）には、構造物の表面に可視化液を封入したマイクロカプセルを分散させた被覆層を形成することで、構造物に生じた亀裂に沿って前記被覆層に亀裂が生じることで被覆層中のマイクロカプセルの破壊が起こり、可視化液が被覆層の表面に流出することにより亀裂個所を検知することが開示されている。

【0006】

また、US PAT 5, 534, 289（先行技術2）では、構造物表面に、可視化液を封入したマイクロカプセルを分散させた第一被覆層を形成し、さらにその上に可視化液とは色の異なる第二の被覆層を設け、前記構造物に亀裂が生じた際に、その亀裂が第一及び第二の被覆層に伝播し、それに伴ってマイクロカプセルが破損し、マイクロカプセルから流出し亀裂を伝わって当該第二被覆層の表面に達した可視化液を感知することで前記構造物の亀裂発生を検知できるようにしている。なお、ここでは可視化液として赤色染料を使用している。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

前述した先行技術1, 2に示される可視化液を使用する方法では、構造物に生じた亀裂に沿って被覆層表面に可視化液がしみ出し、これを視認することによって亀裂の有無を確認しているが、被覆層表面にしみ出た可視化液が時間の経過と

ともに少しずつ退色して次第に視認できなくなると言った問題があった。

【0008】

また、先行技術2ではアゾ系、アントラキノン系化合物の赤色染料をマイクロカプセル化してこれを可視化液として主に使用し、このマイクロカプセルを分散させた被覆層を構造物表面に塗布形成するようにしている。しかしながら、この可視化液を使用した場合、構造物の亀裂に伴って発生した赤色の可視化液が紫外線などの影響により少しずつ退色して次第に視認できなくなると言った問題があった。

【0009】

本発明は、上記のような問題を解決するためになされたものであり、必要とされる亀裂検査精度（染料のしみ出しによる視認性）は、次の検査時までに事故につながる危険性のある寸法の亀裂を見落とさない程度の検査精度が好ましいという立場にたって、前記先行技術のような計測機器を使用しなくとも、簡単に亀裂を検査できる方法を提供すること、かつ、構造物に発生した亀裂に応答して破損マイクロカプセルから流出した視認性液の長期にわたる安定性を確保することを目的とするものである。

【0010】

【課題を解決するための手段】

本発明では、構造物の表面に視認性液を封入したマイクロカプセルを分散させた被覆層を形成しておき、前記構造物に亀裂が生じた際にその亀裂が当該被覆層に伝わって、それに伴って当該被覆層中のマイクロカプセルが破損し、マイクロカプセルから流出した視認性液が被覆層中の亀裂を伝わって被覆層表面に達することで、前記構造物の亀裂発生を検知できるようにするとともに、前記マイクロカプセルに封入されている視認性液aがニグロシン系化合物及び溶媒を主成分とし、その重量比率がニグロシン系化合物：溶媒＝1：55～1：0.37とすることで、前記課題を解決した。

【0011】

本発明を構成する各構成要素について詳述する。本発明を構成する視認性液には、ニグロシン系化合物及びその溶媒が主成分として用いられ、その重量比率は

ニグロシン系化合物 1 対して溶媒を 0.37~55 とすることが必要である。ニグロシン系化合物の具体例としては、ソルベントブラック 5、ソルベントブラック 7 などが挙げられるが、これらに限定されるものではない。また、溶媒は亀裂発色時に雨水・海水等の水分に溶解しないという点から、疎水性溶媒が好ましい。この溶媒の具体例としては、鉱油、オレイン酸、リノール酸などが挙げられるがこれらに限定されるものではない。

【0012】

ニグロシン系化合物と溶媒の混合割合において、ニグロシン系化合物 1 重量部に対して溶媒を 55 重量部を越えて配合した場合視認性が十分ではなく、また、溶媒添加量を 0.37 重量部より少なくすると視認性液の粘性が高くなり、マイクロカプセル化が困難になると共に、マイクロカプセル化された場合でも、亀裂を伝って表面に達する視認性液量が少なくなる。

【0013】


本発明では、前記マイクロカプセル化された視認性液を分散して被覆層を形成するが、この被覆層を形成するものとしては、一般的な塗料やコーティング剤に使用される各種の硬化性あるいは固化性の樹脂組成物が使用できる。このような塗料やコーティング剤を構成する樹脂としては例えばエポキシ系、ウレタン系、アクリル系、硝化綿系、シリコーン系、変成シリコーン系の塗料、コーティング剤、被覆剤などを使用することが出来る。これらの塗料、コーティング剤、被覆剤は、加熱、湿気、光の照射、2 液混合等の様々な手段で硬化する反応性の樹脂組成物を主成分としてもよいし、上述した種々の樹脂を溶剤に溶解した形態で被着体に塗布し溶剤の蒸散により固化させても、あるいはその両方の手段を併用してもよい。

【0014】

被覆層を形成する塗料やコーティング剤としては、エポキシ樹脂、ウレタン樹脂、アクリル樹脂、シリコーン樹脂、変成シリコーン樹脂などの反応性を有するものが環境汚染や作業環境を考慮すると好ましく使用することが出来る。

【0015】

さらに、被覆層を形成する塗料やコーティング剤は、前記視認性液を内包したマ



マイクロカプセルの他に被着体となる構造物の表面色を隠蔽し、かつ、視認性液の流出による視認性を的確に確保するため、白色、乳白色などの白色系に着色されていることが好ましい。これは、マイクロカプセルに内包されるニグロシン系化合物が黒色であるためである。このような着色に有効な材料としては、白色系顔料や白色系充填剤を用いることができる。この白色系顔料や白色系充填剤の具体例としては、酸化チタン、炭酸カルシウム、タルク等が挙げられる。

【0016】

また、蛍光染料を前記視認性液に併用して使用すると、例えば、構造物が船舶内の暗い環境に構築されている場合には、ブラックライトを照射することによって、亀裂により被覆層から流出した蛍光染料を鮮やかに浮き上がらせることができ、より一層亀裂の確認が容易になる。

【0017】

つぎに、前述した視認性液内包のマイクロカプセル5を製造するための手法としては、コアセルベーション法、*in-situ*重合法、界面重合法、液中硬化法などを使用することが出来るが、被覆層1を被着体表面に形成する際のマイクロカプセル膜の安定性を考慮すると、材質としてはゼラチンが適している。

【0018】

また、被覆層を形成する前記硬化性あるいは固化性の樹脂組成物への視認性液封入マイクロカプセルの添加量は、視認性液の内包量やマイクロカプセルの粒径にもよるが概ね重量比で、樹脂：マイクロカプセル＝4：1付近、あるいは容量比で2.5：1付近が適当である。前記基準値よりマイクロカプセル比率が低くなるにつれ亀裂発生時の発色が十分でなくなり、また、比率が高くなるにつれて塗膜の塗布形成時にマイクロカプセルの破損が起こったり、粘度が高くなり塗布が困難になる。

【0019】

尚、マイクロカプセル保護等を目的として、上記被覆層の上にさらに一層以上の被覆層を設けることも出来る。この積層する被覆層には、前記第一の被覆層と同様の一般的な塗料やコーティング剤に使用される各種の硬化性あるいは固化性の樹脂組成物が使用できる。

【0020】

つぎに、本発明の亀裂検査方法を構造物に適用する工程について説明する。まず、被覆層を形成する樹脂組成物に視認性液を内包したマイクロカプセルを混合し、亀裂検査を必要とする構造物の表面にこの液状の組成物を刷毛などにより塗布形成する。なお、前記液状組成物の被着体構造物への塗布は、配合されたマイクロカプセルが破壊されないような塗布方法であれば特に限定されない。また上記のように、前記液状組成物を硬化または固化して形成された被覆層に積層するように、一層以上の第二被覆層を形成しても良く、この場合も前述の被覆層1を形成するのと同じようにして塗布形成する。なお、この時の塗布方法は視認性液内包マイクロカプセルが添加されていないので、例えばスプレー塗布を用いると効率よく塗布できる。

【0021】

本発明の被覆層を形成する樹脂組成物及びそれに積層され得る一層以上の被覆層を形成する樹脂組成物には、他に必要に応じて従来から公知の添加剤を配合することもできる。例えば、塗料としての隠蔽性を確保する場合は、顔料や着色剤や充填剤を添加することも可能である。また、構造物が鉄などの錆びやすい材料で構成される場合は、防錆剤などを添加してもよい。

【0022】

本発明における構造物とは、金属疲労により亀裂を生じやすい金属製の構造物、例えば船舶、橋梁、車輜、航空機、工作機械などの金属製構造物が挙げられるが、例えば、特許第3329029号に記載されるように、視認性液の封入マイクロカプセルの粒径を適宜選択することによりコンクリート構造物に応用することも可能であるし、同様にして各種の強化プラスチック製構造物への応用も可能である。

【0023】**【発明の実施の形態】**

【実施例1】 ニグロシン系化合物（ソルベントブラック7：中央合成化学社製）100重量部にオレイン酸5500重量部を加え攪拌し、視認性液を作成した。（ニグロシン系化合物：溶媒＝1：55）また、450重量部のゼラチン（宮

城化学製 ブルーム強度 320) を 3600 重量部の水に投入、45℃で攪拌溶解した。この溶液を攪拌しながら前記視認性液を投入、視認性液を分散した。次に、450 重量部のアラビアゴム (和光純薬製) を 3600 重量部の水に投入、45℃で攪拌溶解、ろ過し不溶物を除去した後、前記分散液に投入した。ついで、45℃に加熱した水 9000 重量部を前記分散液に加えた。その後、15%酢酸を用い分散液 pH を 4.9 に調整した。分散液を 10℃まで冷却した後、25%グルタルアルデヒド溶液 (和光純薬製) 200 重量部を加え、室温で約 8 時間攪拌し、マイクロカプセルスラリーを得た。これを濾過乾燥し、マイクロカプセルを得た。平均粒径は約 $115\mu\text{m}$ であった。乾燥し得られたマイクロカプセル 100 重量部に対し、本剤硬化剤混合済みの 2 液性エポキシ塗料 (中国塗料社製 エピコン T-500 白色塗料) 400 重量部を混合した。尚、本剤と硬化剤は 340 重量部と 60 重量部ずつ加え、予め混合した。混合した塗料は、刷毛をもちいてアルミ板 (JIS-H4000 A1040P: $1\times 60\times 100\text{mm}$) に塗布乾燥し、試験片とした。乾燥後の塗膜厚は、 $200\sim 350\mu\text{m}$ であった。

【0024】

【実施例 2】 視認性液の混合割合が、ニグロシン系化合物 (ソルベントブラック 7: 中央合成化学社製) 100 重量部に対しオレイン酸 460 重量部であること以外は、実施例 1 と同様にして試験片を作成した。(ニグロシン系化合物: 溶媒 = 1: 4.6)

【0025】

【実施例 3】 視認性液の混合割合が、ニグロシン系化合物 (ソルベントブラック 7: 中央合成化学社製) 410 重量部に対しオレイン酸 150 重量部であること以外は、実施例 1 と同様にして試験片を作成した。(ニグロシン系化合物: 溶媒 = 1: 0.37)

【0026】

【実施例 4】 視認性液の混合割合が、ニグロシン系化合物 (ソルベントブラック 7: 中央合成化学社製) 100 重量部に対しスピンドル油 260 重量部及びオレイン酸 200 重量部であること以外は、実施例 1 と同様にして試験片を作成し

た。(ニグロシン系化合物：溶媒＝1：4.6)

【0027】

【実施例5】 視認性液の混合割合が、ニグロシン系化合物（ソルベントブラック7：中央合成化学社製）11重量部に対しオレイン酸549重量部であること以外は、実施例1と同様にして試験片を作成した。（ニグロシン系化合物：溶媒＝1：50）

【0028】

【比較例1】 視認性液の混合割合が、ニグロシン系化合物（ソルベントブラック7：中央合成化学社製）6重量部に対しオレイン酸554重量部であること以外は、実施例1と同様にして試験片を作成した。（ニグロシン系化合物：溶媒＝1：91）

【0029】

【比較例2】 視認性液の混合割合が、ニグロシン系化合物（ソルベントブラック7：中央合成化学社製）450重量部に対しオレイン酸110重量部であること以外は、実施例1と同様にして試験片を作成した。（ニグロシン系化合物：溶媒＝1：0.24）

【0030】

【比較例3】 視認性液として、アントラキノン系化合物（オリエント化学社製1-アミノ-4-ヒドロキシー-2-(4-n-ノニルフェノキシ)アントラキノン 赤色染料) 110重量部及び鉱油450重量部を加え作成したこと以外は、実施例1と同様にして試験片を作成した。

【0031】

【比較例4】 視認性液の混合割合が、ニグロシン系化合物（ソルベントブラック7：中央合成化学社製）9.2重量部に対しオレイン酸550.8重量部であること以外は、実施例1と同様にして試験片を作成した。（ニグロシン系化合物：溶媒＝1：60）

【0032】

【比較例5】 視認性液として、アントラキノン系化合物（有本化学工業社OIL BLUE 5502 青色染料) 110重量部、トルエン225重量部及び鉱

油225重量部を加え作成したこと以外は、実施例1と同様にして試験片を作成した。

【0033】

【比較例6】 視認性液として、アントラキノン系化合物（有本化学工業社OIL BLUE5502 青色染料）55重量部、アゾ系化合物（有本化学工業社OIL YELLOW5001 黄色染料）55重量部、トルエン225重量部及び鉱油225重量部を加え作成したこと以外は、実施例1と同様にして試験片を作成した。

【0034】

【比較例7】 視認性液として、アゾ系化合物（オリエント化学社製 SOC-1-0092 橙色染料）110重量部及び鉱油450重量部を加え作成したこと以外は、実施例1と同様にして試験片を作成した。

【0035】

試験方法1：上記試験片の塗膜表面の一部に、カッターで幅1mm以下、長さ約5cmの切り込みをいれた。切り込み部のマイクロカプセルは破壊され、発色した。

この試験片をウェザーオメーターに投入し、1000時間経過後の状態を観察した。観察方法は下記の通りとした。

昼白色蛍光灯（40W×2）の約1.5m下に試験片を置き、試験片上方約45°で約1mの距離から試験片を観察した。その結果を表1に示す。


【0036】

【表1】

	実 施 例					比 較 例						
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	6	7
試験結果	△	◎	○	◎	○	×	×	×	×	×	×	×

◎：容易に色確認可能。
○：色確認可能。
△：確認やや困難。
×：色確認できず（退色）。

【0037】



【実施例 6】 上述の実施例及び比較例で使用したアルミ板（J I S - H 4 0 0 0 A 1 0 4 0 P : 1 × 6 0 × 1 0 0 mm）の中央部に切り込みを入れるなどして、アルミ板を二つ折りに曲げやすいように加工し、実施例 1 で調整したマイクロカプセルを含むエポキシ系樹脂塗料を、切り込みのない面側に刷毛を用いて乾燥後の塗膜厚を 2 0 0 ~ 3 5 0 μ m とするように塗布し、乾燥して 1 0 枚の試験片を作成した。

この試験片を、塗布面を内側、又は外側にしてそれぞれ 5 枚ずつ前記切り込み部を中心に約 9 0 ° 折り曲げたところ、何れの試験片もその折り曲げ部付近の塗膜表面に線状の亀裂を生じ、マイクロカプセルの破損に伴うニグロシン系化合物の流出による発色が確認できた。

【発明の効果】

上記結果からも明らかにように、カプセルに内包された染料としてニグロシン系化合物を使用すると、他の染料と比較して発色は顕著となり長期間の目視確認が可能となった。



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 本発明は、所定の大きさの亀裂を目視により適切に検査できる方法、特に長期間目視確認可能な方法を提供することを目的とする。

【解決手段】 構造物の表面にニグロシン系化合物及び溶媒を主成分とした視認性液を封入したマイクロカプセルを分散させた被覆層を形成しておき、前記構造物に亀裂が生じた際にその亀裂が当該被覆層に伝わって、それに伴って当該被覆層中のマイクロカプセルが破損し、マイクロカプセルから流出した視認性液が被覆層中の亀裂を伝わって被覆層表面に達することで、前記構造物の亀裂発生を検知できるようにした。

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2003-181953
受付番号	50301061681
書類名	特許願
担当官	小松 清 1905
作成日	平成 15 年 10 月 20 日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成15年 6月26日
【特許出願人】	
【識別番号】	501204525
【住所又は居所】	東京都三鷹市新川 6 丁目 3 8 番 1 号
【氏名又は名称】	独立行政法人海上技術安全研究所
【特許出願人】	申請人
【識別番号】	000132404
【住所又は居所】	東京都八王子市狭間町 1 4 5 6 番地
【氏名又は名称】	株式会社スリーボンド

特願 2003-181953

ページ： 1

出願人履歴情報

識別番号

[501204525]

1. 変更年月日

2001年 5月23日

[変更理由]

新規登録

住所

東京都三鷹市新川6丁目38番1号

氏名

独立行政法人 海上技術安全研究所

特願 2003-181953

ページ： 2/E

出願人履歴情報

識別番号

[000132404]

1. 変更年月日

1990年 8月21日

[変更理由]

新規登録

住所

東京都八王子市狭間町1456番地

氏名

株式会社スリーボンド